

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М.Кижнера

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

| Тема работы |
|---|
| Исследование влияния добавок на получение оксинитрида алюминия |

УДК 666.63.022.3:661.862

Студент

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|----------------------------------|---------|------|
| 4Г6А | Гетманская Виктория Вячеславовна | | |

Руководитель ВКР

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|---------------------------|-------------------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент НОЦ Н.М.Кижнера | Ревва Инна Борисовна | К.Т.Н. | | |

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------------------|--------------------------------|---------------------------|---------|------|
| Ассистент ООТД ШБИП | Черемискина Мария Сергеевна | - | | |

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-------------|--------------------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент ШБИП | Кашук Ирина Вадимовна | К.Т.Н. | | |

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

| Руководитель ООП | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------------|-----|---------------------------|---------|------|
| | | | | |

Томск – 2020г.

**Запланированные результаты обучения
по основной образовательной программе подготовки бакалавров
18.03.01 Химическая технология**

| Код результата | Результат обучения (выпускник должен быть готов) | Требования ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон |
|-------------------------------------|--|---|
| <i>Профессиональные компетенции</i> | | |
| P1 | Применять базовые и специальные, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания в профессиональной деятельности | Требования ФГОС (ПК-1,2,3,19,20), Критерий 5 АИОР (п.1.1), CDIO(п. 1.1, 4.1, 4.3, 4.8) |
| P2 | Применять знания в области современных химических технологий для решения производственных задач | Требования ФГОС (ПК-7,11,17,18, ОК-8), Критерий 5 АИОР (пп.1.1,1.2), CDIO (п. 1.1, 3.2, 4.2, 4.3, 4.5, 4.6) |
| P3 | Ставить и решать задачи производственного анализа, связанные с созданием и переработкой материалов с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии | Требования ФГОС (ПК-1,5,8,9, ОК-2,3), Критерий 5 АИОР (пп.1.2), CDIO (1.2, 2.1, 4.5) |
| P4 | Разрабатывать <i>новые</i> технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование химической технологии, <i>проектировать объекты химической технологии в контексте предприятия, общества и окружающей среды</i> | Требования ФГОС (ПК-11,26,27,28), Критерий 5 АИОР (п.1.3) (ОК-9, ОК-10, ОК-13, ПК-4, 7, 10, 12 -17, 26) CDIO (п.1.3, 4.4, 4.7) |
| P5 | Проводить теоретические и экспериментальные исследования в области современных химических технологий | Требования ФГОС (ПК-4,21,22,23,24,25, ОК-4,6), Критерий 5 АИОР (п.1.4), CDIO (п. 2.2) |
| P6 | Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, обеспечивать его высокую эффективность, <i>выводить на рынок новые материалы</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химико-технологическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды. | Требования ФГОС (ПК-6,10,12,13,14,15, ОК-6,13,15), Критерий 5 АИОР (п.1.5) CDIO (п. 4.1, 4.7, 4.8, 3.1, 4.6) |
| <i>Общекультурные компетенции</i> | | |
| P7 | Демонстрировать знания социальных, этических и культурных аспектов профессиональной деятельности. | Требования ФГОС (ОК-5,9,10,11), Критерий 5 АИОР (пп.2.4,2.5), CDIO (п. 2.5) |

| | | |
|-----|---|---|
| P8 | Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности. | Требования ФГОС (ОК-1,2,7,8,12), Критерий 5 АИОР (2.6), CDIO (п. 2.4) |
| P9 | <i>Активно владеть иностранным языком</i> на уровне, позволяющем разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности. | Требования ФГОС (ОК-14), Критерий 5 АИОР (п.2.2), CDIO (п. 3.2, 3.3) |
| P10 | Эффективно работать индивидуально и в коллективе, <i>демонстрировать лидерство в инженерной деятельности и инженерном предпринимательстве</i> , ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации. | Требования ФГОС (ОК-3,4) , Критерий 5 АИОР (пп.1.6, 2.3) CDIO (п. 4.7, 4.8, 3.1) |

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа новых производственных технологий

Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология

Отделение школы (НОЦ) НОЦ Н.М.Кижнера

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП

(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

| Группа | ФИО |
|--------|----------------------------------|
| 4Г6А | Гетманской Виктории Вячеславовне |

Тема работы:

Исследование влияния добавок на получение оксинитрида алюминия

Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

Объект исследования - добавки для улучшения свойств алюмооксинитридной керамики.

| | |
|--|---|
| <p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p> | <p>Анализ литературных источников; постановка задач исследования; изучение методов исследования; анализ результатов экспериментов; финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение; социальная ответственность; заключение по работе.</p> |
| <p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p> | |
| <p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p> <p><i>(с указанием разделов)</i></p> | |
| <p>Раздел</p> | <p>Консультант</p> |
| <p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p> | <p>Кащук Ирина Вадимовна, доцент ШБИП, к.т.н.</p> |
| <p>Социальная ответственность</p> | <p>Черемискина Мария Сергеевна, ассистент ООТД ШБИП</p> |
| <p>Экспериментальная часть</p> | <p>Ревва Инна Борисовна, доцент НОЦ Н.М.Кижнера, к.т.н.</p> |
| <p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p> | |

| | |
|--|--|
| <p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p> | |
|--|--|

Задание выдал руководитель:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------------|------------------------|---------|------|
| Доцент | Ревва Инна Борисовна | к.т.н. | | |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|----------------------------------|---------|------|
| 4Г6А | Гетманская Виктория Вячеславовна | | |

Реферат

Выпускная квалификационная работа 94 с., 15 рис., 29 табл., 42 источника.

Ключевые слова: оксинитрид алюминия, AlON, оксид иттрия, оксид лантана, бронекерамика.

Объектом исследования является синтез оксинитрида алюминия заданного состава при введении спекающих добавок.

Цель работы – определить влияние добавок на синтез оксинитрида алюминия.

В процессе исследования проводились опыты получения оксинитрида алюминия с использованием добавок с заданным составом и изучение их влияния на физико-химические свойства.

В результате исследования показано влияние спекающих добавок на синтез оксинитрида алюминия, было выявлено, что оксиды иттрия и лантана являются эффективными добавками для синтеза оксинитрида алюминия.

Область применения: бронекерамика, огнеупоры для металлургической промышленности, оптические приборы.

Экономическая эффективность/значимость работы настоящая работа по ресурсоэффективности и энергосбережению превосходит аналоговые.

В будущем планируется доработка технологии получения оксинитрида алюминия.

Нормативные ссылки

ГОСТ 15139-69. Метод гидростатического взвешивания

СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки"

ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования.

ГОСТ 12.0.001 Система стандартов безопасности труда. Основные положения

ГОСТ 30691 (ИСО 4871:1996) Шум машин. Заявление и контроль значений шумовых характеристик

СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий

СанПиН 2.2.4.548–96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений

ГОСТ Р 12.1.019-2009. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты; введ. 01.01.2011.;

ГОСТ 12.4.051-87. Система стандартов безопасности труда

ГОСТ Р 22.0.02-2016 Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Термины и определения

СНиП 11-2-80 Противопожарные нормы проектирования зданий и сооружений

Определения, обозначения и сокращения

СВС- самораспространяющийся высокотемпературный синтез

ИК-спектр- инфракрасный спектр

СВЧ- сверхвысокочастотное излучение

ЧС-чрезвычайная ситуация

ПДК-предельно-допустимые концентрации

Оглавление

| | |
|--|----|
| Введение | 11 |
| 1 Обзор литературы | 12 |
| 1.1 Исходные материалы для синтеза | 12 |
| 1.2 Способы получения ALON | 15 |
| 1.2.1 Карботермическое восстановление-азотирование | 15 |
| 1.2.2 Микроволновое спекание | 18 |
| 1.2.3 Жидкофазный синтез | 20 |
| 1.2.4 Метод горячего прессования | 22 |
| 1.2.5 Спекание с использованием плазменных искр | 23 |
| 1.2.6 Реакционное спекание | 24 |
| 1.3.Используемые добавки | 25 |
| 1.4 Области применения | 25 |
| 2 Объект и методы исследования | 28 |
| 2.1 РЭМ растровая электронная микроскопия | 28 |
| 2.2 Гидростатическое взвешивание | 30 |
| 2.3. Изготовление аншлифов | 32 |
| 2.4 РФА рентгенофазовый анализ | 32 |
| 2.5 Рентгенофлуоресцентный анализ (РФСА) | 35 |
| 3 Расчеты и аналитика | 38 |
| 4. Результаты проведенного исследования | 48 |
| 5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение | 50 |
| 5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения | 51 |
| 5.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования | 51 |
| 5.1.2 Анализ конкурентных технических решений | 52 |
| 5.1.3 SWOT-анализ | 53 |
| 5.2 Планирование научно-исследовательских работ | 56 |

| | |
|--|----|
| 5.2.1 Структура работ в рамках научного исследования | 56 |
| 5.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ | 57 |
| 5.2.3 Разработка графика проведения научного исследования | 58 |
| 5.2.4 Бюджет научно-технического исследования (НТИ) | 62 |
| 5.2.4.1 Расчет материальных затрат НТИ | 62 |
| 5.2.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ | 63 |
| 5.2.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы | 64 |
| 5.2.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы | 66 |
| 5.2.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления) | 66 |
| 5.2.4.6 Накладные расходы | 67 |
| 5.2.4.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта | 68 |
| 5.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования | 69 |
| 6 Социальная ответственность | 73 |
| 6.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности | 75 |
| 6.1.1 Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства | 75 |
| 6.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны | 76 |
| 6.2 Профессиональная социальная ответственность | 78 |
| 6.2.1 Производственная безопасность | 78 |
| 6.2.2 Анализ вредных и опасных факторов, которые может создать объект исследования | 80 |
| 6.2.3 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований | 81 |

| | |
|---|----|
| 6.2.3.1 Пониженная подвижность воздуха | 81 |
| 6.2.3.2 Шум | 82 |
| 6.2.3.3 Вибрация | 84 |
| 6.2.3.4 Освещенность | 84 |
| 6.2.3.5 Электробезопасность | 85 |
| 6.2.4 Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов | 86 |
| 6.2.4.1 Одежда и средства индивидуальной защиты | 86 |
| 6.3 Экологическая безопасность | 86 |
| 6.3.1 Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду | 86 |
| 6.3.1.1 Защита атмосферы | 86 |
| 6.3.1.2 Защита гидросферы | 87 |
| 6.3.1.3 Защита литосферы | 87 |
| 6.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях | 88 |
| 6.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований | 89 |
| 6.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС | 90 |
| Выводы | 92 |
| Список публикаций студента | 93 |
| Список использованных источников | 94 |

Введение

Прозрачный ALON керамический считается важным оптическим материалом благодаря своей высокой прочности и твердости, устойчивости к влажности, обладает отличными оптическими свойствами, сравнительно с монокристаллом сапфира (известный как прочная и твердая прозрачная керамика). Отличное сочетание механических и эксплуатационных свойств светопропускания делает прозрачную поверхность ALON подходящей для инфракрасной (ИК) и видимой области. Благодаря этому, он привлекает все больший интерес со стороны национальных оборонных и гражданских отраслей промышленности.

Создание в России прозрачного керамического бронестекла, является актуальной задачей. Так как такое «стекло», имеет большой вес в военной промышленности, оно обеспечит максимальную защиту армии, а также уменьшит вес техники с использованием такой керамики.

В данной работе, объектом исследования является синтез оксинитрида алюминия. Предметом исследования, является изучение влияния спекающих добавок на синтез оксинитрида алюминия.

1 Обзор литературы

Оксинитрид алюминия (ALON) - это поликристаллическая, без пористая керамика, с прочностью в 4 раза больше прочности закаленного стекла.

AlON - это твердый раствор в псевдобинарной системе $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{AlN}$. Состав AlON-керамики определяется формулой $\text{Al}_{(64+x)/3} \text{O}_{(8-x)/3} \text{N}_x$. При $x=5$ образуется единственная устойчивая фаза γ -AlON. Следовательно, его стехиометрическая формула – $\text{Al}_{23}\text{O}_{27}\text{N}_5$ [1].

Так как ALON обладает хорошей оптической прозрачностью, твердостью его используют в качестве важнейшего наружного слоя экспериментальной прозрачной брони для окон бронированных машин. Еще одним его применением является в качестве подложек для полупроводниковых интегральных микросхем, для изготовления осветительных приборов.

Изготавливают прозрачный AlON с помощью таких методов, как: реакционное спекание, горячее прессование и метод СВС. Основным условием производства прозрачной AlON-керамики это отсутствие какой-либо пористости. Минимизировать количество пор можно с помощью введения различных спекающих добавок, например, Y_2O_3 и La_2O_3 .

1.1 Исходные материалы для синтеза

Основными компонентами для получения оксинитрида алюминия являются Al_2O_3 и AlN.

Оксид алюминия Al_2O_3 - белый тугоплавкий порошок, $t_{\text{пл}} = 2044^\circ\text{C}$, $t_{\text{кип}} = 3530^\circ\text{C}$, имеющий плотность близкую к плотности алмаза. [2].

Оксид алюминия - бесцветное неорганическое вещество. Содержит два атома алюминия и три атома кислорода.

Существует 4 модификации Al_2O_3 , с различной плотностью, которая варьируется от 3,61 до 3,99 г/см³ (таблица 1.1).

Таблица 1.1- Плотность различных модификаций Al_2O_3

| Модификация | $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ | $\Theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ | $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ | $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ |
|------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Плотность, г/см ³ | 3,99 | 3,61 | 3,68 | 3,77 |

В природе Al_2O_3 встречается в виде корунда и глинозема.

Самый часто встречающийся это $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (корунд). Его свойства: плотность 3,99 г/см³, температура плавления 2038-2054 °С [2].

Глинозем - это белый кристаллический порошок, который состоит из различных кристаллических форм оксида алюминия. В составе глинозема содержится до 98% α - и γ - модификаций оксида алюминия.

Существует несколько разновидностей оксида алюминия. Безводный оксид алюминия имеет несколько модификаций кристаллической формы, различными по характеристикам и разновидностей применения. Существуют α -, β - и γ -модификации глинозема, при этом α -и $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ это чистый оксид алюминия, а $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ -это соединение оксида алюминия со щелочными и щелочноземельными оксидами[3].

α -оксид алюминия или корунд встречается как минерал в виде крупных прозрачных кристаллов, тригональной сингонии. В зависимости от примесей, входящих в состав корунда существует красный корунд - рубин и синий - сапфир.

Кристаллы γ -оксид алюминия имеет кубическую форму. В природе γ -модификация не существует, ее получают при термической обработке гидратов оксида алюминия, бемита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) и гидраргиллита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). При нагревании происходит необратимый переход из $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в α -форму.

β -оксид алюминия обладает гексагональной кристаллической решеткой. $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ это примесный оксид, который представляет собой ряд алюминатов щелочных и щелочноземельных металлов, содержащий большую концентрацию оксида алюминия, со следующими общими формулами: $\text{MeO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ и $\text{Me}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$,

где MeO - это щелочноземельные металлы;

Me_2O – щелочные металлы.

В составе алюминатов содержание щелочных и щелочноземельных оксидов составляет от 8 до 10%. При увеличении t до 1600–1700°C β -глинозем разлагается на α - Al_2O_3 с выделением соответствующего оксида в газообразном состоянии. β -глинозем, находящийся в обожженном корундовом материале является нежелательным, так как снижает механическую прочность и его электрофизические свойства.

Существует аморфный оксид алюминия - алюмогель, образующийся при обезвоживании гелеобразного $\text{Al}(\text{OH})_3$. Алюмогель -это пористое, иногда прозрачное вещество.

Нитрид алюминия - бинарное неорганическое химическое соединение алюминия с азотом. Химическая формула - AlN .

Нитрид алюминия – порошкообразное вещество белого или светло-жёлтого цвета. Основные свойства: $t_{\text{пл}} = 2200^\circ\text{C}$, $t_{\text{кип}} = 2517^\circ\text{C}$, $\rho = 3,260 \text{ г/см}^3$ [2]. Нитрид алюминия (AlN) - высокочистый, химически однородный керамический материал.

Основными свойствами оксида алюминия является крайне высокая теплопроводность и отличные изоляционные свойства. Его применяют в электронике, микроэлектронике и электротехнике.

Нитрид алюминия обладает устойчивостью к очень высоким температурам в инертных атмосферах. На воздухе поверхность нитрида алюминия окисляется при температурах выше 700°C, также при комнатной температуре, были обнаружены поверхностные окисленные слои толщиной 5- 10 нм. Этот окисный слой выступает в роли защиты материала до 1370°C. При более высоких температурах окисление материала происходит и в объеме.

Нитрид алюминия обладает устойчивостью в атмосферах водорода и углекислого газа при температурах до 980 °C. В неорганических кислотах материал медленно разлагается при контакте жидкости с границами зёрен,

как и в случае с сильными щелочами. Материал медленно гидролизуются в воде [4].

Нитрид алюминия медленно растворяется в горячих минеральных кислотах. Холодные HCl , H_2SO_4 , HNO_3 и царская водка действуют слабо, холодная HF не действует. Концентрированные горячие растворы щелочей разлагают с выделением NH_3 .

1.2 Способы получения ALON

Получение оксинитрида алюминия это технологический процесс, состоящий из нескольких основных стадий: синтез порошков, формование, обжиг. После полного спекания оксинитрид обладает беспористостью, прочностью и прозрачностью. Основные способы получения:

- карботермическое восстановление-азотирование(CRN);
- микроволновое спекание;
- жидкофазный синтез;
- метод горячего прессования.

1.2.1. Карботермическое восстановление-азотирование(CRN)

Синтез композиционных нанопорошков на основе Al_2O_3 , AlN и AlON , благодаря уникальным свойствам композитной керамики, получаемой из системы Al_2O_3 - AlN - AlON , производится карботермическим восстановлением-азотированием.

Композитные нанопорошки системы Al_2O_3 - AlN - AlON были получены с помощью способа карботермического восстановления-азотирования [5]. Компоненты исходной порошковой смеси были получены из водного раствора нитрата алюминия ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) и углеродсодержащее вещество ($\text{C}_{12} \text{H}_{22}\text{O}_{11}$). Изначально полученный гидроксид алюминия был смешан с водным раствором сахарозы. Смесь была высушена в сушильной камере при $t=100^\circ\text{C}$ в течение 5 ч и затем подвергли пиролизу в потоке аргона при $t=600^\circ\text{C}$ в течение 4 ч. Конечный продукт представляет собой смесь нанодисперсного γ - Al_2O_3 и аморфного углерода (с размером частиц $\leq 0,1$ мкм). Содержание углерода в смеси было больше, чем содержание

углерода, необходимого для образования стехиометрического соединения $5\text{AlN} \cdot 9 \text{Al}_2\text{O}_3$, на 30%. Полученный продукт подвергали термической обработке в среде азота при $t = 1450$ и 1600°C с изотермической выдержкой в течение 2-4 сек.

Из порошков, синтезированных при $t = 1450$ и 1600°C в течение 2, 3 и 4 ч, были сформованы образцы в форме таблеток диаметром 6 мм и высотой 5 мм.

Спекание под высоким давлением осуществлялось при давлении 7 ГПа в высокотемпературной среде высокого узла давления в виде наковальни с отверстием, в котором давление передается твердым телом средой, при температуре 1750°C в течение 110°C .

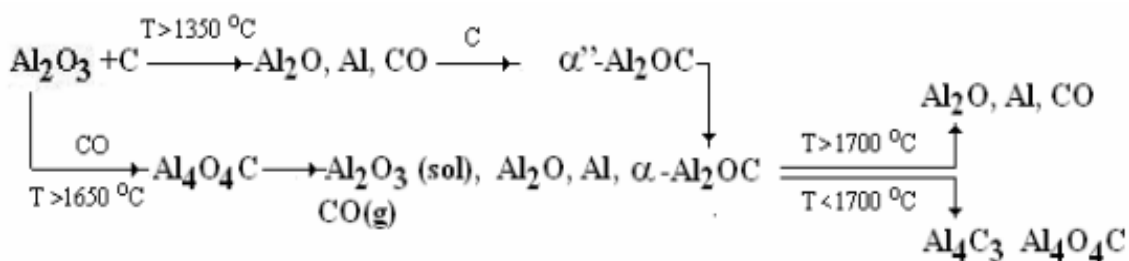
Проценты кристаллических фаз оценивались по интенсивностям пиков синтезированных фаз и соответствующих пиков стандартов. Были записаны ИК-спектры с помощью спектрометра Specord M 80 (Karl Zeiss, Германия) и проанализированы " спектры Шифрование 20 " компьютерная программа. Эта программа позволяет выполнять суммирование спектров разной интенсивности. Исследование электронной микроскопии и электронно-зондового рентгеновского микроанализа проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа типа HU200F. Эти механические свойства (микротвердость и вязкость разрушения) определяли с помощью Леко Тестер микротвердости 300АТ и индентор Викерсона под нагрузкой 10 Н с временем выдержки 15 сек [6].

По данным XRD, порошок, синтезированный при 1450°C в течение 4 ч, содержит две кристаллические фазы: нитрида алюминия и Al_2O_3 . С увеличением температуры обработки и времени, интенсивность пиков глинозема уменьшается, пики алюминиевого оксинитрида появляются, и интенсивность пиков нитрида алюминия возрастает. В порошке, синтезированном при 1600°C в течение 3 ч, главные фазы AlN и AlON, и в порошке, синтезированном на 1600°C в течение 4 ч, AlON фаза доминирует,

и интенсивность пиков становится несколько меньше. Эти изменения совпали с изменениями относительного содержания соответствующей фазы.

Образцы, спеченные из порошков, синтезированных при 1450 °С, имели среднюю твердость 15,2 ГПа. Для образцов, полученных из порошков, синтезированных при 1600 °С твердость увеличивается до 19,5 ГПа. Это влияние приписано к более высокому сцеплению между зернами, произведенными диффузионный процесс и отсутствие существенных количеств углерода в структуре [7].

Общая схема карботермического восстановления глинозема может быть представлена следующей реакцией:



Следует отметить, что на стадии синтеза порошков, формирование кристаллических фаз, таких как алюминий оксикарбид ($\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$) и карбида алюминия (Al_4C) не был зарегистрированный. Однако, обнаружение графита в спеченных образцах "низкой температуры порошок" указывает на то, что темный цвет порошка и спеченных образцов обусловлен наличие свободного углерода. Таким образом, можно констатировать, что выбранный режим карботермического восстановления реализовано в рамках формирования Al_2O и Al с удержанием определенного количества Al_2O_3 и C . Образование различных продуктов восстановления в потоке азота указывает на одновременная реализация различных механизмов образования нитрида. Например, азотирование Al приведет к образованию AlN (синтез из элементов), тогда как Al_2O_3 может быть основой для образования частиц AlON . Замещение кислорода азотом в структуре Al_2O_3 и замещение азота для кислорода в структуре AlN (что, очевидно, связано с аналогичными размерами атомы азота и кислорода) образуют основу образования

оксинитрида алюминия различного состава на поверхности соответствующих частиц [8].

Изменения в межплоскостные расстояния Al_2O_3 и AlN является следствием указанного процесса. Таким образом, кроме однофазных кристаллических частиц AlN и AlON , частицы Al_2O_3 и AlN с AlON должны присутствовать на поверхности пленки. Вот почему в ИК-спектрах, которые представляют информацию преимущественно о поверхности твердого тела регистрируется спектр AlON пленок [6].

Полученная композитная керамика обладает достаточно высокой твердостью и трещиностойкостью, которые сопоставимы с материалами, полученными на основе огнеупоров соединений титана[6].

Процессы карботермического восстановления $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ углеродом в потоке азота при температуре 1450 °С в течение 4 ч и при температуре 1600°С в течение 4 ч не были завершены, благодаря чему продукты содержали свободный углерод. Основные фазы синтезированного составными порошками были Al_2O_3 , AlN и AlON . На поверхностях глинозема и алюминия одни пленки из частиц нитрида. В процессе подготовки керамики спеканием под высоким давлением кристаллический AlON участок, сформированный в порошках, разложенных вполне в алюминиевую окись и нитрид алюминия, и свободный углерод, преобразованный в кристаллический участок графита[6].

1.2.2 Микроволновое спекание

Микроволновое, или сверхвысокочастотное, излучение(СВЧ), - это неионизирующее электромагнитное излучение с диапазоном частот от 300 МГц до 300 ГГц. Этот диапазон подразделяется на три зоны:

- 1 зона- ультравысокочастотное излучение (300 МГц - 3 ГГц);
- 2 зона- сверхвысокочастотное излучение (3 ГГц - 30 ГГц);
- 3 зона- крайне высокочастотное излучение (30 ГГц - 300 ГГц).

Различие электромагнитного излучения от других видов излучения, таких как видимый свет, инфракрасное и ультрафиолетовое излучения,

заключается в том, что микроволны отличаются большей длиной волны и более низкой энергией квантов излучения[9].

В процессе СВЧ, материалы поглощают СВЧ излучение, а затем преобразовывают микроволновую энергию в тепло внутри самого объема образца, и, следовательно, нагрев происходит гораздо быстрее. Микроволновое спекание материалов значительно выше по эффективности использования энергии, повышения скорости реакции и спекания, а также время цикла и экономии затрат[10].

Некоторые высоко прозрачные керамические образцы, такие как оксид алюминия, шпинель, и нитрид алюминия, были успешно приготовлены процессом микроволнового спекания. В сравнении с обычным процессом спекания, микроволновое спекание для керамических образцов с высокой степенью прозрачности может проводиться при более низких температурах и более короткое время спекания[11].

В исследованиях [12] синтез однофазного AlON микроволновым излучением проводится при нагреве 1650°C в течение 1 ч. Но плотность обожженных образцов составляла лишь 82% от теоретического плотность AlON и они были непрозрачными. Это означает что в синтезируемых образцах не достигается полное уплотнение, даже если формируется одна фаза AlON. Для получения полностью прозрачной плотной AlON керамики, образцы нуждаются в дальнейшем спекании при более высоких температурах.

Результаты, полученные в работе [12] показали, что полностью плотные и очень прозрачные образцы AlON керамики могут быть получены микроволновым спеканием при 1800 ° C и временем выдержки 60 мин при этой температуре. AlON образцы в этой работе были подготовлены путем смешивания высокой чистоты α -Al₂O₃ порошок и AlN порошок. Было обнаружено, что добавление небольшого количества Y₂O₃ увеличивает уплотнение и улучшает прозрачность спеченных изделий во время микроволнового спекания. Поэтому исходная смесь содержала 67,5 мольных

процентов Al_2O_3 , 33,5 мольных процентов AlN , и 0,5% (по массе) Y_2O_3 , в форме $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Порошок 3 мас. % связующего вещества (акрилоид) был размолот в шаровой мельнице в ацетоне в течение 24 ч. После сушки смесь прессовали одноосно в гранулы диаметром 12,7 мм и высотой 3 мм при давлении 30 МПа. Далее, гранулы изостатически прессовали при 250 МПа в течение 5 мин. 34 Микроволновое спекание проводилось с использованием самодельной печи 1,5 кВт, 2,45 ГГц. Скорость нагрева поддерживалась около 100 °С / мин с помощью управления мощности СВЧ. Теоретическая плотность AlON около 3,69 г / см³. Было установлено, что образцы, спекаемые при 1700 °С в течение 1 ч с плотностью 3,60 г/см³ (>97,5% от теоретической плотности) по-прежнему непрозрачны или слегка прозрачны. Образцы, спекаемые при 1750 °С в течение 1 ч с плотностью 3,67 г/см³ (>99,4% от теоретической плотности) были совершенно прозрачными. Тем не менее, за счет повышения температуры спекания до 1800°С и сохраняя выдержку времени без изменений, плотность образцов не увеличивается, но прозрачность образцов значительно улучшилась[13].

1.2.3 Жидкофазный синтез

Другим методом спекания, используемым в процессе производства, является прозрачная керамика, в частности $\gamma\text{-AlON}$, для устранения пористости и уменьшения вторичных фаз, которые имеют решающее значение для прозрачности. Было исследовано переходное жидкофазное спекание AlON керамики как технологию получения плотного прозрачного материала [14].

Этот метод заключается в нагревании в два этапа в вакуумной печи в атмосфере азота (N_2).

На первой стадии смесь порошков нагревают до температуры гетерогенной области существования жидкости и $\gamma\text{-AlON}$ и выдерживают длительное время при температуре около 2150 °С.

На второй стадии температуру снижают до тех пор, пока не будет достигнута однородная фаза $\gamma\text{-AlON}$. Смысл изменения температуры

заключается в том, что на первом этапе мы получаем жидкую фазу, которая, при снижении температуры, позволяет порам заживать в образце. Микропоры и межкристаллические дефекты полностью заполняются жидкой фазой, что позволяет получить плотный продукт со светопрозрачностью (прозрачностью) при охлаждении. Во время эксперимента была обнаружена потеря массы образца при температурах выше 1950 °С. Это происходит из-за изменения параметра решетки. Потеря массы происходит из-за изменения относительного состава, определяемого параметрами решетки. Эта потеря массы и изменение параметров решетки, связаны с образованием паровой фазы при повышенных температурах, как из жидкой, так и из твердой фазы. Установлено, что при повышенных температурах композиция мигрирует к решетчатым параметрам слоя и, следовательно, к более высокому содержанию азота

Увеличение содержания азота эквивалентно уменьшению содержания кислорода, это относительное изменение соотношения, которое отражается на параметре решетки. Однако при наблюдении обнаруживается снижение процентного содержания азота, в соотношении азот-кислород, с увеличением давления азота. Одним из объяснений является подавление насыщенной кислородом паровой фазы в виде Al_2O при повышении давления. Считается, что азот не реагирует в этих условиях и не происходит значительного растворения азота в AlON .

Установлено, что параметр решетки AlON уменьшился с 0,7960 до 0,7926 нм, так как избыточное давление было увеличено с 0,11 МПа до 0,2 МПа.

Были сделаны следующие выводы: параметр решетки увеличивается с увеличением содержания азота, параметр решетки уменьшается с увеличением содержания кислорода, увеличение давления азота или аргона стабилизирует систему, подавляя потерю кислорода (Al_2O). Жидкофазное спекание имеет положительные стороны: высокое уплотнение и устранение дефектов, обусловленных жидкой фазой, но недостатки этого метода

закладаются в том, что требуются высокие температуры до 2200 °С и точное соблюдение параметра давления азота для контроля потерь массы.

1.2.4 Метод горячего прессования

Этот процесс представляет собой одновременное прессование и спекание. Смесь помещают в форму, стенки которой покрывают спиртосодержащим покрытием из нитрида бора для предотвращения введения элементов, составляющих форму.

Во время процесса спекания вакуумная камера подвергается циклам "азотной промывки", образец подвергается механическому прессованию во время спекания.

Преимуществом горячего прессования является возможность проведения процесса при температурах ниже температуры спекания в свободном ненагруженном состоянии, так как уплотнение также достигается за счет механических усилий и уменьшение пор происходит при более низких температурах.

Существует разновидность горячего прессования, а именно горячее изостатическое прессование. Процесс одновременного нагрева и формования порошковой заготовки, в которой порошок содержится в герметичной оболочке из гибкого олова или стекла, и при этом содержащийся порошок подвергается равному давлению во всех направлениях при температуре, достаточно высокой для того, чтобы вызвать пластическую деформацию и спекание.

В процессе исследования, спекание осуществлялось горячим изостатическим прессованием при различных температурах 1800°С, 1850°С и 1900 °С. Спекали смесь порошков с составом 67,5 моль% Al_2O_3 , 33,5 моль% AlN и 0,5 мас. % Y_2O_3 , смешивали порошки в течение 12 часов и сушили при 80 ° С. Продолжительность процесса спекания при различных температурах была одинаковой и составляла 120 минут. Спекание происходило при давлении 20 МПа в атмосфере азота.

Согласно результату эксперимента, удалось достичь высокой плотности 3,65-3,68, (теоретическая плотность 3,69 г / см³). Хотя плотность при температуре 1850-1900 °С ниже, но механические характеристики выше.

1.2.5 Спекание с использованием плазменных искр

Этот способ позволяет снизить температуру спекания до 1650 °С, при условии добавления агломерационной добавки Y_2O_3 , время выдержки также сокращается.

Искровое плазменное спекание (SPS-Spark plasma sintering), также известное как технология полевого спекания (FAST), представляет собой процесс быстрого спекания для получения полностью плотной и мелкозернистой керамики при низкой температуре с коротким временем выдержки.

Движущей силой метода SPS является суммарное воздействие силы, тепла, электрического поля и плазмы, генерируемой импульсным током во всем объеме образца. Она отличается от обычной силы спекания, создаваемой внешними нагревательными элементами, в которых нагрев происходит за счет излучения и конвекции [15]. В работе. [16] спекание проводили при температуре 1600 °С, времени выдержки 15 минут и давлении от 20 до 50 МПа. Образцы имели разный состав, а именно различалось массовое содержание добавки Y_2O_3 . Результаты исследований показали, что оптимальная концентрация для наименьшей энергии активации и наибольшего уплотнения составляет 0,6 мас.% Y_2O_3 .

Такой результат обусловлен тем, что при добавлении 1,2% Y_2O_3 происходит образование фазы $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG), эта фаза отрицательно влияет на механические характеристики спеченных образцов, в свою очередь концентрация ниже 0,6% не позволяет добиться желаемого уплотнения и устранения пор и дефектов.

Получена плотность образцов с оптимальной концентрацией спекающей добавки Y_2O_3 (0,6%). В сочетании с не очень большими температурами спекания и временем выдержки это дает возможность

заявить о жизнеспособности данного метода, однако высокая сложность и высокая стоимость установки являются несомненными недостатками.

1.2.6 Реакционное спекание.

Спеченный материал уплотняется путем образования нового кристаллического вещества в результате реакции между твердофазным веществом в теле продукта в качестве одного компонента и паровой фазой другого вещества.

Существует своего рода пропитка пористого тела парообразным веществом, которое вступает в реакцию с основной или специально введенной фазой для проведения реакции. В этом случае на образование оксинитрида оказывает влияние среда, а именно камера со спеченным образцом подвергается продувке азотом. Поэтому, чем плотнее и крупнее продукт, тем сложнее протекает процесс реакционного спекания, а это значит, что сила при уплотнении также влияет на процесс спекания.

Реакционное спекание проводят при температуре 1700-1900 °С, согласно с диаграммой фазовых состояний[17,18]. Недостатками этого метода являются следующие факторы: достаточно длительное время выдержки (от 12 часов) и трудность нахождения оптимальной силы прессования и пористости образца, необходимой для прохождения диффузии между газовой и твердой фазами.

Исследовательская группа [19] исследовали в своей работе влияние силы прессования на синтез оксинитрида с использованием метода реакционного спекания. Образцы сжимались с различными силами-20, 70, 140 и 210 МПа. Спекание проводили при температуре 1750-1800 °С.

По данным Рентгенофазового анализа образцы, спрессованные под давлением 70 МПа, имеют наибольшее количество целевой фазы.

Эти данные показывают, что реакция протекает более интенсивно в образцах, уплотненных с усилием 70 МПа, так как остается достаточная пористость для реакции твердой фазы с газом.

1.3 Используемые добавки

Для того чтобы изготовить высокопрозрачную AlON керамику, необходимо удалить все остаточные поры в спеченном образце. Агломерационные добавки являются ключевым фактором в устранении пор в процессе спекания. В качестве агломерационных добавок выступают Y_2O_3 и La_2O_3 . Они могут вызвать образование жидкой фазы во время спекания, что благоприятно сказывается на уплотнении и устранении пор образцов.

Y^{3+} увеличил подвижность границы зерен и ускорил рост зерна, в то время как La^{3+} оказывает противоположное влияние на рост зерна.

который действует как ингибитор роста зерна при спекании керамики AlON. Оптимальное время спекания AlON -керамики толщиной 2 мм составило 80,3% при длине волны 400 Нм, когда концентрация спекающих добавок составляла 0,12 мас.% Y_2O_3 и 0,09 мас. % La_2O_3 . Линейное пропускание почти достигло своего теоретического значения, и образец был почти полностью прозрачен на этой длине волны.

Спекающие добавки способствуют образованию жидкой фазы во время спекания, что значительно способствует уплотнению и устранению пор[20].

Высоко прозрачная AlON керамика с линейным коэффициентом пропускания 80,3% при длине волны 400 нм была получена при концентрации спекающих добавок 0,12 мас. % Y_2O_3 и 0,09 мас. % La_2O_3 [21].

1.4 Области применения

Прозрачный AlON обладает превосходными механическими и оптическими свойствами, химической устойчивостью и термостабильностью. AlON изготавливают с помощью обычных методов спекания порошка, которые дешевле, чем методы роста кристаллов, которые используются для выращивания сапфира. Еще одним преимуществом является возможность изготовления его в больших объемах и заданных размеров и формы. Его потенциальное применение складывается из его хороших свойств и относительно низкой стоимости.

Основное применение AlON- керамики:

1.Материал для сенсорных окон. ALON имеет превосходную прозрачность (пропускаемость>80%) от близкого ультрафиолета, через видимую и через среднечастотную инфракрасную область спектра, Показатель преломления колеблется в пределах 1,81 и 1,67 в диапазоне длин волн от 0,2 до 5,0 м[22].

2.прозрачной брони - с точки зрения объема, это самый большой потенциальный рынок для AlON [22]. Коммерческая прозрачная броня состоит из слоев пластика и стекла, при использовании твердой прозрачной керамики в верхнем слое, можно увеличить баллистические характеристики брони. По сравнению с обычным стеклом / полимерами, используемых против бронебойных патронов, AlON обеспечивает эквивалентную защиту при половине веса и толщины. Применение в качестве брони включает в себя защитные маски, окна наземного транспорта и иллюминаторы самолетов [22].

3. ракетных куполов — высокая скорость и ускорение ракет, многорежимные системы электромагнитного наведения нуждаются в куполах, которые смогут противостоять высоким температурам и большим температурным перепадам. Высокая прочность AlON делает его хорошей альтернативой для замены материалов, используемых для ракетных куполов.

Высокая твердость и долговечность AlON делают его пригодным для использования в качестве окон сканеров для считывания штрихкодов в супермаркетах и магазинах розничной торговли. В этом случае, стойкость к ударным нагрузкам, оптическая прозрачность и низкая стоимость, имеют большой спрос. Также AlON используют в производстве полупроводникового оборудования из-за его превосходной химической стойкости и способности быть изготовленным в сложных формах, а также в больших размерах, необходимых для этих компонентов.

Оксинитрид алюминия обладает прочностью при воздействии многих из коррозионных химических веществ, используемых в электронной промышленности. AlON является дешевой альтернативой сапфиру и является аналогом кварца для многих применений. Это означает, что в то время как стоимость приобретения AlON может быть выше, чем кварца, он может иметь общую стоимость ниже, из-за значительно более длительного срока службы в агрессивных средах. [22]

Одним из перспективных применений является использование прозрачных керамических материалов в качестве микроволновых подложек в запоминающих устройствах и в виде плат для интегральных схем.

2 Объект и методы исследования

Основными методами исследования исходных и синтезированных материалов в данной работе являются:

- растровая электронная микроскопия;
- пикнометрический способ определения плотности
- измерение микротвердости
- рентгенофазовый анализ
- рентгенофлуоресцентный анализ

2.1 РЭМ растровая электронная микроскопия

С помощью растровой электронной микроскопии можно изучить форму отдельных кристаллов, частиц, зерен, определить размер, а также оценить пористость структуры материала.

Поверхность образца подвергается облучению сфокусированным пучком электронов (электронным зондом), который совершает возвратно-поступательное движение по линии или развертывающимся в растр - совокупность близко расположенных параллельных линий, вдоль которых пучок электронов обегает выбранный для исследования участок поверхности. В этом заключается суть метода РЭМ. На рисунке 2.1 показаны эффекты, которые возникают при взаимодействии пучка электронов с веществом [23].

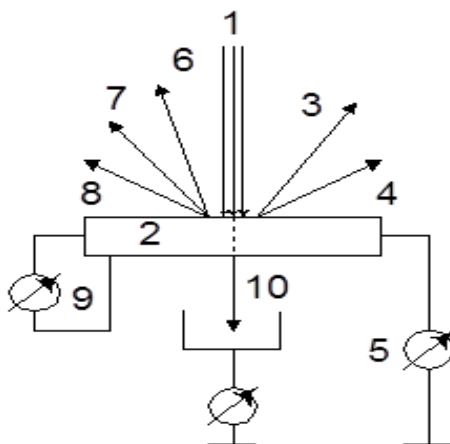


Рисунок 2.1 – Эффекты, возникающие при взаимодействии пучка электронов с веществом: 1 - электронный пучок; 2 - образец; 3 - отраженные электроны; 4 - вторичные электроны; 5 - ток поглощенных электронов; 6 -

катодолюминесценция; 7 - рентгеновское излучение; 8 - Оже-электроны; 9 - наведенный ток; 10 - прошедшие электроны[23].

В каждой точке облучаемой поверхности происходит взаимодействие электронов пучка 1 с веществом, в результате чего возникает ряд эффектов [23]: образуются отраженные электроны 3, вторичные электроны 4, рентгеновское 7 и другие излучения. С помощью этих эффектов можно получить разнообразную информацию: о рельефе поверхности образца 2, химическом составе и кристаллографической ориентации объемов, прилегающих к поверхности.

Для исследования морфологии и дисперсности порошка, а также морфологии зёрненной структуры на изломах керамики, был использован сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) JEOL JSM-7500FA (Япония), изображенный на рисунке 2.2.



Рисунок 2.2 – Сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-7500FA

Метод сканирующей электронной микроскопии заключается в том, что происходит сканирование поверхности образца максимально сфокусированным электронным пучком с одновременной регистрацией возбужденного этим пучком излучения. Низкоэнергетические (до 50 эВ)

вторичные электроны чаще всего используют в качестве такого излучения. Материал образца генерирует вторичные электроны при релаксации, происходит облучение внешних электронных оболочек. Таким образом, можно наблюдать рельеф поверхности исследуемого образца[24].

2.2 Гидростатическое взвешивание

Гидростатическое взвешивание – метод измерения плотности жидкостей и твердых тел, основанный на законе Архимеда. Давление, действующее на погруженное в жидкость тело, увеличивается с глубиной погружения, поэтому сила давления жидкости на нижние элементы поверхности тела больше, чем на верхние. В результате сложения всех сил, действующих на каждый элемент поверхности, получится равнодействующая сила, направленная вверх. Это и есть поддерживающая сила. Если тело плотно лежит на дне, то давление жидкости только сильнее прижимает его ко дну. Гидростатическое взвешивание необходимо для определения плотности образца. Вначале определяется масса образца в воздухе, затем – в жидкости известной плотности (чаще всего дистиллированная вода), и по формуле рассчитывается плотность[25]:

$$\rho = \frac{m_1 \cdot (\rho_1 - \rho_2)}{m_1 - m_2 + \rho_2}$$

где:

ρ – плотность образца;

ρ_1 – плотность жидкости;

ρ_2 – плотность воздуха;

m_1 – масса образца в воздухе;

m_2 – масса образца в рабочей жидкости.

Чаще всего устройство для определения плотности используется с аналитическими весами, однако некоторые лабораторные весы также могут быть ими оснащены. Многие из таких весов, к которым в качестве опции предлагается подобное устройство, самостоятельно рассчитывают плотность образца при помощи встроенного программного обеспечения.

Взвешивание под весами с помощью поддонного крюка (стоит удостовериться, что весы оснащаются им стандартно или в качестве опции) необходимо для определения плотности больших образцов или той массы, которую нельзя взвесить с помощью аналитических весов. В работе были использованы аналитические весы Sartorius ME235S (Германия), изображенные на рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Аналитические весы Sartorius ME235S

Все материалы, полученные по керамической технологии, содержат поры. Их подразделяют на две группы [26]:

- закрытые поры – не сообщающиеся с окружающей средой;
- открытые поры – сообщающиеся с окружающей средой.

Путем взвешивания, измерения линейных размеров и расчета объема образца материала всегда определяется только кажущаяся плотность ρ_k . Если материал образца имеет минимальную пористость (менее 0,5%), то значение экспериментально определенной плотности можно считать за истинную (теоретическую) плотность ρ_n

2.3. Изготовление аншлифов

Полированный шлиф представляет собой зеркальную плоскость, получаемую в результате шлифовки и последующей полировки спеченного образца.

Операции по изготовлению аншлифа [27]:

- Подготовка образца (распиловка или обдирка для получения плоской поверхности);
- Шлифовка;
- Доводка на стеклянных плитах;
- Полировка.

Плоская поверхность получается при быстром вращении тонкого отрезного круга резальной машины, на край которого нанесен порошок наждака (карборунда, алунда), из горной породы вырезают тонкую пластинку. Такую пластину прикрепляют к шлифовальной машине, придерживая его концами пальцев. Затем шлифуют плоскость, с помощью быстро вращающегося круга шлифовальной машины (чугунная планшайба), покрытой грубым мокрым наждаком. Должна получиться достаточно большая и ровная шлифованная плоскость, затем ее дошлифовывают с помощью более тонкого порошка абразива на стеклянной пластине; полируют особенно тонким порошком наждака [27].

Изучение аншлифов ведется на специальных микроскопах, в которых аншлиф освещается с помощью опак иллюминатора через объектив. В аншлифах хорошо различаются цвет минералов, изучается его твердость, электропроводность, по характеру отражения света определяется анизотропность. С помощью аншлифов определяют минералы и последовательность их выделения [28].

2.4 РФА рентгенофазовый анализ

Метод относится к определению фазового состава образца с помощью дифракции рентгеновских лучей и может быть использован для анализа минерального сырья, пылей, порошков и других объектов [29].

Данный метод основан на получении и анализе дифракционной картины, возникающей в результате такого явления, как интерференция рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов от облучаемого объекта.

Основной задачей рентгенофазового анализа является определение различных фаз в их смеси на основе дифракционной картины, показываемой исследуемым образцом.

Рентгеновские дифрактометры – это новые современные устройства для изучения качественного и количественного анализа. Такая аппаратура позволяет проводить анализы более быстро и качественно. Наиболее простой случай такого явления происходит при рассеянии света на дифракционной решётке. Похожее явление можно наблюдать при рассеянии рентгеновского излучения, которое используется в рентгенофазовом анализе, в качестве рассеивателя выступает кристаллическая решетка фазы. При этом интенсивные пики рассеяния наблюдаются тогда, как выполняется условия Вульфа - Брэгга. Если условие Вульфа – Брэггов выполняется, то при изменении угла падения рентгеновского излучения регистрируется на рентгенограмме возникновением максимума или почернением на фотопленке. Интенсивность этого максимума или почернения соответствует интенсивности отраженного луча, которое в свою очередь зависит от количества атомов, составляющих данное семейство плоскостей, то есть от "заселенности" атомной плоскости. Поэтому интенсивность отраженного луча также является характеристикой изучаемого объекта.

$$2 \cdot d \cdot \sin 2\theta = n \cdot \lambda ,$$

где d - расстояние между соседними кристаллографическими плоскостями, м;

θ – угол, под которым наблюдается дифракция, град.;

n – порядок дифракции;

λ – длина волны монохроматических рентгеновских лучей, падающих на кристалл, м.

На рисунке 2.4 представлен процесс отражения рентгеновских лучей в кристалле по Брэггу.

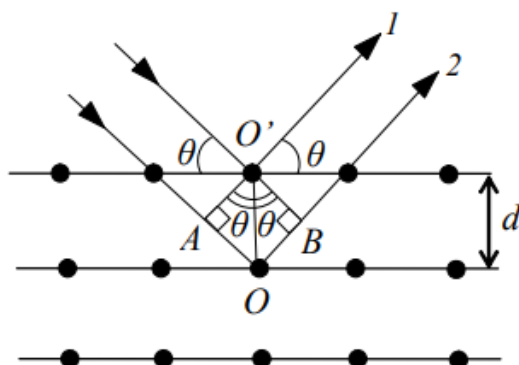


Рисунок 2.4 - Отражение рентгеновских лучей в кристалле по Брэггу.

Это уравнение используют для расчета межплоскостных расстояний d , характеристикой которой является конкретная кристаллическая решетка. θ и λ - данные эксперимента.

Идентификации кристаллических веществ (фаз) порошка проводят на дифрактометре Shimadzu XRD – 7000 (Япония), изображенном на рисунке 2.5.



Рисунок 2.5 – Дифрактометр Shimadzu XRD – 7000

К достоинствам рентгеновского фазового анализа можно отнести: высокую достоверность и скорость проведения анализа; то, что метод – прямой, так как не основан на косвенном сравнении с какими-либо

эталоны, а непосредственно указывает на кристаллическую структуру вещества, для метода нужно малое количество вещества; анализ проводится без нарушения и разрушения образца или детали; также, метод допускает оценку количества фаз в смеси.

2.5 Рентгенофлуоресцентный анализ (РФСА)

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) относят к категории элементных анализов. Диапазон определяемых элементов и границы их обнаружения в РФА зависят от используемой аппаратуры. В общем случае, в область определяемых входят элементы от Be до U включительно. Граница обнаружения зависит от атомного номера элемента, например, для фосфора граница обнаружения составляет 0.01%, для элементов начала V периода оценивается в 0.0002% [30].

Метод характеризуют высокая экспрессность и относительно простая пробоподготовка, нет ограничений по физическим свойствам и химическому составу объекта исследования.

Пороговую чувствительность во многих случаях ограничивает фон, который создают рассеянные рентгеновские лучи. Особенностью рентгенофлуоресцентного метода, выгодно отличающей его от других физических методов анализа, является его высокая помехоустойчивость.

Метод РФА основан на сборе и последующем анализе спектра, полученного путём воздействия на исследуемый материал рентгеновским излучением. При облучении атом переходит в возбуждённое состояние, сопровождающееся ионизацией определённого уровня. В возбуждённом состоянии атом пребывает крайне малое время, порядка одной 10^{-7} сек, после чего возвращается в спокойное положение (основное состояние). При этом электроны с внешних оболочек либо заполняют образовавшиеся вакантные места, а излишек энергии испускается в виде фотона, либо энергия передается другому электрону из внешних оболочек (оже-электрон). При этом каждый атом испускает фотоэлектрон с энергией строго определённого значения, например, железо при облучении рентгеновскими

лучами испускает фотоны $K\alpha = 6,4$ кэВ. Далее соответственно по энергии и количеству квантов судят о строении вещества[30].

Основным источником рентгеновских лучей является рентгеновская трубка, в которой есть два электрода - катод и анод. При нагреве катода происходит электронная эмиссия. Электроны, вылетающие из катода, ускоряются электрическим полем и бомбардируют поверхность анода. Анод изготавливается из тяжелого металла, испускающего рентгеновское излучение под воздействием потока электронов. Используются трубки с различными анодами, такими как родий, медь, молибден, серебро и другие аноды[9]. Аноды трубки, выбираются в зависимости от типов задач (элементов, требующих анализа), для решения которых будет применяться данный прибор. Для различных групп элементов используются не схожие по значению силы тока и напряжения на трубке. Для проведения анализа лёгких элементов будет достаточно установить напряжение 10 кВ, для средних 20-30 кВ, для тяжелых — 40-50 кВ. Анализ легких элементов приводит к большому влиянию атмосферы на спектр, для этого камеру заполняют гелием или вакуумируют. После этого, атом возбуждается и специальный детектор регистрирует спектра. Это зависит от спектрального разрешения, как именно фотоны будут отделены от разных элементов, чем лучше, тем точнее. Точное отделение фотонов окажет влияние на точность прибора. До настоящего времени наилучшей возможной разрешающей способностью детектора остается 123 эВ.

После попадания фотона на детектор он преобразуется в импульс напряжения, который рассчитывается счетными устройствами и передает сигнал на компьютер. Благодаря пикам полученного спектра, можно качественно определить наличие любых элементов в образце. С помощью программы калибровки (количественной градуировки прибора) полученный спектр обрабатывается, а затем получают точное количественное содержание. Программа калибровки создается заранее, на основе стандартных образцов, у которых точно известен элементный состав. Таким

образом, при количественном анализе спектр неизвестного вещества сравнивают с известными спектрами, полученными после облучения стандартных образцов, в результате чего получают информацию о количественном составе вещества.

Данный метод широко применяется в промышленности и исследовательских лабораториях. Метод является простым, быстрым, точным, благодаря этому области применения его продолжают расширяться.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

| Группа | ФИО |
|--------|----------------------------------|
| 4Г6А | Гетманская Виктория Вячеславовна |

| Школа | ИШНПТ | Отделение школы (НОЦ) | Н.М.Кижнера |
|---------------------|----------|---------------------------|-----------------------------------|
| Уровень образования | бакалавр | Направление/специальность | 18.03.01 Химическая технология |

| | |
|--|---|
| Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»: | |
| 1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих | Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ. |
| 2. Нормы и нормативы расходования ресурсов | В соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов» |
| 3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования | Отчисления во внебюджетные фонды 30 % |
| Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке: | |
| 1. Оценка коммерческого потенциала инженерных решений (ИР) | Измерение характеристик, описывающих качество и перспективность новой разработки на рынке, помогло принять целесообразное решение, о том, что данная разработка является перспективной |
| 2. Формирование плана и графика разработки и внедрения ИР | Структура работ. Определение трудоемкости. Разработка графика проведения исследования. |
| 3. Составление бюджета инженерного проекта (ИП) | Расчет бюджетной стоимости НИП по разработке программного обеспечения |
| 4. Оценка ресурсной, финансовой, социальной, бюджетной эффективности ИР и потенциальных рисков | Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности |
| Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей) | |
| 1. «Портрет» потребителя 2. Оценка конкурентоспособности ИР 3. Матрица SWOT 4. Оценка перспективности нового продукта 5. График разработки и внедрения ИР 6. Бюджет ИП 7. Основные показатели эффективности ИП | |
| Дата выдачи задания для раздела по линейному графику | |

Задание выдал консультант:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|--|------------|------------------------|---------|------|
| Доцент отделения социально-гуманитарных наук | Кашук И.В. | к.т.н. доцент | | |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|----------------------------------|---------|------|
| 4Г6А | Гетманская Виктория Вячеславовна | | |

5 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

Введение

Проблемы эффективного ресурсопотребления и ресурсосбережения всегда являлись достаточно актуальными. Формирование и реализация стратегии ресурсосбережения на всех уровнях управления - один из важнейших вопросов стратегического менеджмента, так как ресурсоемкость является второй стороной товара, когда первой является его качество. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов.

Цель раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»: проектирование и создание конкурентоспособных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- Оценка коммерческого потенциала разработки.
- Планирование научно-исследовательской работы;
- Расчет бюджета научно-исследовательской работы;
- Определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности

исследов.

Целью исследовательского проекта, является разработка технологии получения AlON керамики, снижение затрат на обжиг за счет использования спекающих добавок.

5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

5.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Основным продуктом научно-исследовательской работы исследования является оксинитрид алюминия. ALON - прозрачный материал, который обладает уникальными химическими, оптическими и механическими свойствами, поэтому его активно используют в производстве прозрачной брони, инфракрасных окон, иллюминаторов и сканеров для считывания штрих-кодов.

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

В зависимости от категории потребителей (коммерческие организации, физические лица), необходимо использовать соответствующие критерии сегментирования. Например, для коммерческих организаций критериями сегментирования могут быть: размер компании и вид производства. В таблице 5.1 приведена карта сегментирования рынка по отношению выпускаемой продукции из ALON- керамики.

Таблица 5.1- Карта сегментирования

| Размер компании | Вид деятельности | | |
|-----------------|------------------|-------------------|---------------------|
| | Бронестекло | Инфракрасные окна | Сканеры штрих-кодов |
| Крупные | | | |
| Средние | | | |
| Малые | | | |

На приведенной выше карте сегментирования показано, какие ниши на рынке услуг по производству оксинитрида алюминия не заняты конкурентами или где уровень конкуренции низок. На карте видно, что изделия из оксинитрида алюминия производят в большей степени крупные компании. Мелкие и средние компании не берутся за столь крупное

производство. Следовательно, в данном случае, среди мелких и средних компаний конкуренция мала.

5.1.2 Анализ конкурентных технических решений

В России нет компаний, которые занимаются производством осинитрида алюминия, а, следовательно, нет конкуренции.

Единственной в мире успешной компанией производства прозрачной AlON-керамики является SurmetCorporation, Бирлингтон, Массачусетс, США.

В результате выхода продукта на рынок России, разработка будет конкурентоспособной по отношению к иным видам бронестекла. Это обуславливается благодаря таким техническим характеристикам продукта как материалоемкость, энергоемкость, т.к. прозрачная керамика имеет меньшую толщину изделия, при этом имея улучшенную прочность, а это влечет уменьшению расхода материалов и энергии. Также этот материал является более надежным и безопасным из-за своей высокой прочности и ударостойкости.

В таблице 5.2 приведена оценочная карта, включающая конкурентные технические разработки в области производства прозрачной керамики. Таблица 5.2- Оценочная карта для сравнения конкурентных технических разработок

| Критерии оценки | Вес критерия | Баллы | | | Конкурентоспособность | | |
|---|--------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------------|-----------------|-----------------|
| | | Б _ф | Б _{к1} | Б _{к2} | К _ф | К _{к1} | К _{к2} |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Технические критерии оценки ресурсоэффективности | | | | | | | |
| 1. Выход продукта | 0,1 | 4 | 5 | 4 | 0,4 | 0,5 | 0,4 |
| 2. Энергоемкость процессов | 0,2 | 5 | 3 | 4 | 1,0 | 0,6 | 0,8 |
| 3. Надежность | 0,2 | 4 | 5 | 3 | 0,8 | 1,0 | 0,6 |
| 4. Безопасность | 0,2 | 4 | 5 | 3 | 0,8 | 1,0 | 0,6 |
| Экономические критерии оценки эффективности | | | | | | | |

| | | | | | | | |
|--------------------------------------|----------|---|---|---|-----|-----|-----|
| 5. Цена | 0,1 | 5 | 4 | 5 | 0,5 | 0,4 | 0,5 |
| 6. Конкурентоспособность продукта | 0,1 | 4 | 5 | 5 | 0,4 | 0,5 | 0,5 |
| 7. Финансирование научной разработки | 0,1 | 3 | 5 | 4 | 0,3 | 0,5 | 0,4 |
| Итого | 1 | | | | 4,2 | 4,6 | 3,8 |

B_{ϕ} – оксинитрид алюминия, полученный путем проведения исследовательской работы;

B_{k1} – оксинитрид алюминия, полученный компанией «SurmetCorporation»;

B_{k2} – бронестекла, полученные компанией «Магистраль ЛТД».

Коэффициент конкурентоспособности: $K_{\phi}/K_{k1} = 4,2/4,6 = 0,91$

Коэффициент конкурентоспособности: $K_{\phi}/K_{k2} = 4,2/3,8 = 1,1$

В первом случае, полученный коэффициент близок к 1, что свидетельствует о том, что продукт исследовательской работы является не конкурентоспособным для компании «SurmetCorporation».

Во втором случае полученный коэффициент больше 1, что говорит о том, что продукт исследовательской работы является конкурентоспособным для рынка броневых стекол в России.

5.1.3 SWOT-анализ

SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта.

Таблица 5.3- SWOT-анализ.

| | | |
|--|--|---|
| | <p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1. Уменьшение пористости, увеличение твердости</p> <p>С2. Наличие необходимых установок для проведения испытаний;</p> <p>С3. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.</p> | <p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Малое количество керамических предприятий по распространению и производству керамики</p> <p>Сл2. Большие энергозатраты на обжиг</p> |
|--|--|---|

| | | |
|--|---|--|
| | С4. Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии. | Сл3. Высокая стоимость оборудования и используемых добавок |
| Возможности: В1. Возникновение спроса на новый продукт. В2. Возможность использования во многих практических отраслях; В3. Использования инновационной инфраструктуры ТПУ. | Комбинируя разные порошки, можно создать улучшенный прозрачные, безпористые материалы. При производстве продукты будут обладать высокой конкурентоспособностью | Допустив увеличение спроса на конечный продукт, есть вероятность что будет нехватка времени и производственных сил для ее реализации. Правильный выбор и подбор исходного сырья с учетом добавок способен снизить время обжига образцов, соответственно уменьшаются энергозатраты |
| Угрозы: У1. Отсутствие спроса и быстрый рост конкуренции У2. Ограничение на экспорт технологии; У3. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции ... | Можно произвести сертификацию продукции; изучить законодательную базу; Продвижение новой технологии с целью появления спроса. Своевременное государственное обеспечение исследования | Главной угрозой проекта является возможное увеличение цены на оборудование. Продвижения новой технологии с целью появления спроса. |

Таблица 5.4 – Связь сильных сторон с возможностями

| | С1 | С2 | С3 | С4 |
|----|----|----|----|----|
| В1 | + | - | + | + |
| В2 | + | - | + | + |
| В3 | + | - | - | - |

Таблица 5.5 – Связь слабых сторон с возможностями

| | Сл1 | Сл2 | Сл 3 |
|----|-----|-----|------|
| В1 | + | - | + |
| В2 | - | - | - |
| В3 | - | - | - |

Таблица 5.6 – Связь сильных сторон с угрозами

| | С1 | С2 | С3 | С4 |
|----|----|----|----|----|
| У1 | - | - | - | - |
| У2 | - | - | - | - |
| У3 | - | - | - | - |

Таблица 5.7 – Связь слабых сторон с угрозами

| | Сл1 | Сл2 | Сл3 |
|----|-----|-----|-----|
| У1 | - | + | - |
| У2 | + | - | - |
| У3 | + | + | + |

По результатам SWOT-анализа были выявлены сильные и слабые стороны проекта, а также угрозы и возможности. Так же было выявлено то, как можно компенсировать слабые стороны проекта за счет его возможностей и нейтрализовать угрозы с помощью сильных сторон проекта. Результаты SWOT анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

5.2 Планирование научно-исследовательских работ

5.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для выполнения научных исследований была сформирована рабочая группа, в чей состав входят: бакалавр, в качестве инженера проекта; научный руководитель выпускной квалификационной работы. В данном разделе представлен перечень этапов работ в рамках научного исследования, проведено распределение исполнителей по видам работ. Примерный порядок составления этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 5.8.

Таблица 5.8 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

| Основные этапы | № работы | Содержание работ | Должность исполнителя |
|---|----------|--|-------------------------------|
| Разработка технического задания | 1 | Составление и утверждение технического задания на ВКР | Научный руководитель |
| Проведение научно-исследовательской работы | | | |
| Выбор направлений исследований | 2 | Подбор и изучение литературы по соответствующей теме | Научный руководитель, инженер |
| | 3 | Составление плана исследования | Научный руководитель, инженер |
| Теоретические и экспериментальные исследования | 4 | Изучение методик по работе с оборудованием, необходимого для проведения исследования | Научный руководитель, инженер |
| | 5 | Изготовление и подготовка образцов для исследования | Инженер |

| | | | |
|--------------------------------|---|--|-------------------------------|
| | 6 | Исследование образцов: твердость, пористость, плотность, структура | Инженер |
| Обобщение и оценка результатов | 7 | Анализ полученных результатов научно-исследовательской работы | Научный руководитель, инженер |
| | 8 | Оценка эффективности полученных результатов | Научный руководитель, инженер |
| Составление документации | 9 | Написание пояснительной записки о выполненной работе | Инженер |

5.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

При проведении научных исследований основную часть затрат составляют заработные платы (порядка 65%), поэтому определение трудоемкости проводимых работ является важным этапом составления сметы. Определение ожидаемой величины трудоёмкости проводится по формуле:

$$t_{\text{ож } i} = \frac{3 \cdot t_{\text{min } i} + 2 \cdot t_{\text{max } i}}{5}$$

где $t_{\text{ож } i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{\text{min } i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{\text{max } i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.

Зная величину ожидаемой трудоемкости, можно определить продолжительность каждой i -ой работы в рабочих днях T_{pi} , при этом учитывается параллельность выполнения работ разными исполнителями. Данный расчёт позволяет определить величину заработной платы.

$$T_{pi} = \frac{t_{\text{ож } i}}{Ч_i}$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$t_{ожi}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

По всем выполняемым работам результаты расчета продолжительности в рабочих днях представлены в таблице 8.

5.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

Диаграмма Ганта является наиболее удобным и наглядным способом представления графика проведения работ.

Диаграмма состоит из блоков, расположенных на двух осях: по вертикали располагаются задачи, из которых состоит проект, а время, запланированное на их выполнение, служит горизонтальной осью диаграммы Ганта. Для построения графика Ганта, следует, длительность каждой из выполняемых работ из рабочих дней перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой, для каждого исполнителя расчеты производятся индивидуально:

$$T_{ki.рук} = T_{pi} \cdot k_{кал},$$

$$T_{ki.инж} = T_{pi} \cdot k_{кал},$$

где $k_{кал}$ – календарный коэффициент.

Календарный коэффициент определяется по формуле:

$$k_{кал.рук} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{пр}},$$

$$k_{кал.инж} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{пр}},$$

где $T_{кал}$ – общее количество календарных дней в году;

$T_{вых}$ – общее количество выходных дней в году;

$T_{пр}$ – общее количество праздничных дней в году.

Расчет трудоемкости и продолжительности работ представлен на примере работы «Составление и утверждение технического задания на ВКР»:

$$t_{ож\ i} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 3}{5} = 2,4 \text{ чел} - \text{дн},$$

$$T_{pi} = \frac{2,4}{1} = 2,4 \text{ раб. дн.}$$

Расчет календарного коэффициента для пятидневной рабочей недели для инженера на примере работы «Подбор и изучение литературы по соответствующей теме»:

$$k_{\text{кал.рук}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{366}{366 - 104 - 14} = 1,48$$

Расчет календарной продолжительности выполнения работы:

$$T_{ki.\text{инж}} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}} = 3,5 \cdot 1,48 = 5,18 \approx 5 \text{ календ. дн.}$$

Расчет календарного коэффициента для шестидневной рабочей недели руководителя:

$$k_{\text{кал.рук}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{366}{366 - 67 - 14} = 1,28.$$

Расчет календарной продолжительности выполнения работы:

$$T_{ki.\text{рук}} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}} = 2,5 \cdot 1,28 = 3,2 \approx 3 \text{ календ. дн.}$$

Все рассчитанные значения в календарных днях округляются до целого числа, а затем сводятся в таблицу 5.9.

Таблица 5.9 -Временные показатели проведения научно-исследовательского проекта

| № р а б . | Название работы | Трудоемкость работ | | | | | | T _{pi} , раб. дни | | T _{ki} , раб. дни _i | |
|-----------------------|--|----------------------------------|-----------|----------------------------------|-----------|---------------------------------|------|----------------------------------|------|---|-----------|
| | | t _{min i} , чел.-дни | | t _{max i} , чел.-дни | | t _{ож i} , чел.-дни | | | | | |
| | | Науч. Рук. | Инж. . | Науч. Рук | Инж. . | Науч. Рук | Инж. | Нау ч. Рук | Инж. | Нау ч. Рук | Инж. . |
| 1 | Составление и утверждение технического задания на ВКР | 2 | 0 | 3 | 0 | 2,4 | 0 | 2,4 | 0 | 3 | 0 |
| 2 | Подбор и изучение литературы по | 5 | 5 | 10 | 10 | 5 | 7 | 2,5 | 3,5 | 3 | 5 |

| | | | | | | | | | | | |
|---|--|---|----|----|----|-----|------|-----|------|---|----|
| | соответствующей теме | | | | | | | | | | |
| 3 | Составление плана исследования | 3 | 3 | 5 | 5 | 5 | 5 | 2,5 | 2,5 | 3 | 4 |
| 4 | Изучение методик по работе с оборудованием, необходимого для проведения исследования | 3 | 3 | 15 | 15 | 9 | 9 | 4,5 | 4,5 | 6 | 7 |
| 5 | Изготовление и подготовка образцов для исследования | 0 | 10 | 0 | 15 | 0 | 12 | 0 | 12 | 0 | 18 |
| 6 | Исследование образцов: твердость, пористость, плотность, структура | 0 | 10 | 0 | 20 | 0 | 14 | 0 | 14 | 0 | 21 |
| 7 | Анализ полученных результатов научно-исследовательской работы | 3 | 3 | 9 | 9 | 5,4 | 5,4 | 2,7 | 2,7 | 3 | 4 |
| 8 | Оценка эффективности полученных результатов | 4 | 4 | 9 | 9 | 6 | 6 | 3 | 3 | 4 | 4 |
| 9 | Написание пояснительной записки о выполненной работе | 0 | 8 | 0 | 16 | 0 | 11,2 | 0 | 11,2 | 0 | 16 |

После произведенных расчетов, представленных в таблице **Ошибка!**

Источник ссылки не найден., строится диаграмма Ганта, представленная в таблице 5.10.

Таблица 5.10 – Календарный план график проведения НИП

| № ра б. | Название работы | Исполнители | Т _к , дней | Продолжительность выполнения работ | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--|---------------------------------|--------------------------|------------------------------------|-------------|-------------|---|-------------|-------------|-------------|-------------|-----|---|---|------|---|
| | | | | Февраль | | Март | | | Апрель | | | Май | | | Июнь | |
| | | | | 1 | 2 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| 1 | Составление и утверждение технического задания на ВКР | Научный руководитель | 3 | <div></div> | | | | | | | | | | | | |
| 2 | Подбор и изучение литературы по соответствующей теме | Научный руководитель инженер | 3 | <div></div> | | | | | | | | | | | | |
| | | | 5 | <div></div> | | | | | | | | | | | | |
| 3 | Составление плана исследования | Научный руководитель инженер | 3 | | <div></div> | | | | | | | | | | | |
| | | | 4 | | <div></div> | | | | | | | | | | | |
| 4 | Изучение методик по работе с оборудованием, необходимого для проведения исследования | Научный руководитель инженер | 6 | | <div></div> | | | | | | | | | | | |
| | | | 7 | | <div></div> | | | | | | | | | | | |
| 5 | Изготовление и подготовка образцов для исследования | Инженер | 18 | | | <div></div> | | | | | | | | | | |
| 6 | Исследование образцов: твердость, пористость, плотность, структура | Инженер | 21 | | | <div></div> | | <div></div> | | | | | | | | |
| 7 | Анализ полученных результатов научно-исследовательской работы | Научный руководитель инженер | 3 | | | | | | | <div></div> | | | | | | |
| | | | 4 | | | | | | <div></div> | | | | | | | |
| 8 | Оценка эффективности полученных результатов | Научный руководитель инженер | 4 | | | | | | | | <div></div> | | | | | |
| | | | 4 | | | | | | | <div></div> | | | | | | |
| 9 | Написание пояснительной записки о выполненной работе | Инженер | 16 | | | | | | | | <div></div> | | | | | |

-Научный руководитель



-Инженер Инженер

Таблица 5.11- Сводная таблица по календарным дням

| | Количество дней |
|---|-----------------|
| Общее количество календарных дней для выполнения работы | 82 |
| Общее количество календарных дней, в течение которых работал инженер | 79 |
| Общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель | 22 |

В результате выполнения данного подраздела разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей. Также рассчитано количество дней, в течение которых работал каждый из участников проекта.

5.2.4 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением. В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НТИ;
- затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы;

5.2.4.1 Расчет материальных затрат НТИ

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода. Расчет стоимости

материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов). Результаты по данной статье заносятся в таблице 5.12.

Таблица 5.12- Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты.

| Наименование | Единица измерения | Кол-во | Цена единицу, руб. | Сумма, руб. |
|---|-------------------|--------|--------------------|-------------|
| Оксид алюминия | г | 250 | 600 | 150 |
| Нитрид алюминия | г | 50 | 1000 | 50 |
| Оксид лантана(нано) | г | 10 | 1000 | 10 |
| Оксид иттрия (нано) | г | 10 | 3000 | 30 |
| Изопропиловый спирт | мл | 1000 | 200 | 200 |
| Всего за материалы | | | | 440 |
| Транспортно-заготовительные расходы (3-5 %) | | | | 22 |
| Итого по статье С _м | | | | 462 |

5.2.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 5.13-. Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

| № п/п | Наименование оборудования | Кол-во ед. | Время использования, раб.дни | Срок службы | Цена единицы оборудования, руб. | Амортизация оборудования, руб. |
|--------------|-----------------------------------|------------|------------------------------|-------------|---------------------------------|--------------------------------|
| 1 | Высокотемпературная печь | 1 | 5 | 4 | 4990070 | 3418 |
| 2 | Гидравлический пресс | 1 | 20 | 16 | 2600 | 89 |
| 3 | Планетарная мельница Pulverisette | 1 | 2 | 9 | 1410000 | 858 |
| 4 | Сушильный шкаф | 1 | 2 | 13 | 40000 | 17 |
| 5 | Весы | 1 | 24 | 9 | 60000 | 438 |
| 6 | Пресс-форма | 1 | 20 | | 6000 | - |
| Итого | | | | | | 10820 |

Амортизация рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{C}{n} \cdot t,$$

где С - первоначальная стоимость оборудования, руб.;

n - количество лет использования;

t - время использования для исследования, года.

Приведем расчет амортизации для высокотемпературной печи:

$$A = \frac{4990070}{4} \cdot \frac{5}{365} = 3418 \text{ руб.}$$

Все расчеты по приобретению спецоборудования и оборудования, имеющегося в организации, но используемого для выполнения конкретной темы, сводятся в таблице 5.13

5.2.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

Основная заработная плата $Z_{\text{осн}}$ одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$З_{\text{осн}} = З_{\text{дн}} \cdot Т_p,$$

где $З_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата, руб.;

$Т_p$ – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$З_{\text{дн}} = \frac{З_{\text{м}} \cdot М}{F_{\text{д}}} = \frac{51285 \cdot 11,2}{246} = 2147,3 \text{ руб.},$$

где $З_{\text{м}}$ – должностной оклад работника за месяц;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени исполнителей, раб.дн.;

$М$ – количество месяцев работы без отпуска в течение года.

- при отпуске в 28 раб. дня – $М=11,2$ месяца, 5-дневная рабочая неделя;
- при отпуске в 56 раб. дней – $М=10,3$ месяца, 6-дневная рабочая неделя;

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$З_{\text{дн}} = \frac{З_{\text{м}} \cdot М}{F_{\text{д}}} = \frac{19291 \cdot 10,3}{213} = 933 \text{ руб.}$$

Должностной оклад работника за месяц:

Для руководителя:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{тс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_p = 26300 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 51285 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{тс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_p = 9893 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 19291 \text{ руб.}$$

где $З_{\text{тс}}$ – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равен 0,3;

$k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2;

k_p – районный коэффициент, равен 1,3 (для г. Томска).

В таблице 5.14 приведен баланс рабочего времени каждого работника
НТИ

Таблица 5.14 – Баланс рабочего времени исполнителей

| Показатели рабочего времени | Руководитель | Инженер |
|--|--------------|---------|
| Календарное число дней | 365 | 365 |
| Количество нерабочих дней - выходные дни - праздничные дни | 52/14 | 104/14 |
| Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни | 48/5 | 24/10 |
| Действительный годовой фонд рабочего времени | 246 | 213 |

Таблица 5.15-Расчёт основной заработной платы

| Исполнители | Разряд | З _{тс} , руб. | k _{пр} | k _д | k _р | З _м , руб | З _{дн} , руб. | T _р , раб. дн. | З _{осн} , руб. |
|------------------------|--------|---------------------------|-----------------|----------------|----------------|-------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------------------------|
| Руководитель | - | 26300 | 0,3 | 0,2 | 1,3 | 51285 | 2147,3 | 18 | 38651,4 |
| Инженер | - | 9893 | 0,3 | 0,2 | 1,3 | 19291 | 933 | 69 | 64377 |
| Итого З _{осн} | | | | | | | | | 103028,4 |

*-данные взяты согласно «Положение об оплате труда» из Планово-финансового отдела ТПУ

5.2.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

Для руководителя:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}} = 0,15 \cdot 38651,4 = 5797,7 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}} = 0,15 \cdot 64377 = 9656,6 \text{ руб.}$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,15).

5.2.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Нами рассматриваются обязательные установленные законодательством РФ нормы отчисления органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

Для руководителя:

$$З_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}) = 0,3 \cdot (38651,4 + 5797,7) = 13334,7 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$З_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}) = 0,3 \cdot (64377 + 9656,6) = 22210,1 \text{ руб.},$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование).

Общая ставка взносов составляет в 2020 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ):

- 22 % – на пенсионное страхование;
- 5,1 % – на медицинское страхование;
- 2,9 % – на социальное страхование.

Таблица 5.16. Отчисления во внебюджетные фонды

| Исполнитель | Основная заработная плата, руб. | Дополнительная заработная плата, руб. |
|--|---------------------------------|---------------------------------------|
| Научный руководитель | 38651,4 | 5797,7 |
| Инженер | 64377 | 9656,6 |
| Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды | 0,3 | 0,3 |
| Итого: | 35544,8 | |

5.3.4.6 Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на электроэнергию

. Рассчитываются по формуле:

$$C = W \cdot t \cdot P,$$

где W - мощность электроприбора, выраженная в киловаттах;

t - время использования оборудования, час;

P - стоимость электроэнергии, на сегодняшний день составляет – 2,45 руб/кВт

$$1) C_{печь} = 40 \cdot 24 \cdot 5 \cdot 2,45 = 11760 \text{ р.}$$

$$2) C_{мельница} = 1,1 \cdot 10 \cdot 2,45 = 26,95 \text{ р.}$$

$$3) C_{суш.шкаф} = 4 \cdot 26 \cdot 2,45 = 254,8 \text{ р.}$$

Итого : $C_{\text{общ.}} = 11760 + 26,95 + 254,8 = 12041,75$ р.

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется калькуляция плановой себестоимости НИИ разработки технологии получения AlON.

5.2.4.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Таблица 5.17 – Группировка затрат по статьям

| Статьи | | | | | | | |
|-------------------------|-------------|---------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|----------------------|---------------------------------|
| Материальные затраты | Амортизация | Основная заработная плата | Дополнительная заработная плата | Отчисления на социальные нужды | Итого без накладных расходов | Накладные расходы | Итого бюджетная стоимость |
| 440 | 10820 | 103028,4 | 15454,3 | 35544,8 | 155549,5 | 12041,75 | 143507,75 |

5.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности. Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}1} = \frac{330000}{330000} = 1$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}2} = \frac{329000}{330000} = 0,997$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля). Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности проводится в форме таблицы 5.18.

Таблица 5.18- Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта.

| Критерий | Весовой коэффициент параметра | Исп.1 | Исп.2 |
|--------------------|-------------------------------|-------|-------|
| 1.Надежность | 0,2 | 4 | 5 |
| 2.Безопасность | 0,25 | 3 | 4 |
| 3.Материалоемкость | 0,15 | 5 | 5 |

| | | | |
|---------------------------|------|-----|-----|
| 4.Энергоемкость | 0,25 | 4 | 4 |
| 5.Удобство в эксплуатации | 0,15 | 4 | 3 |
| Итого | 1 | 3,9 | 4,2 |

$$I_{p-исп1}=4\cdot0,2+3\cdot0,25+5\cdot0,15+4\cdot0,25+4\cdot0,15=3,9;$$

$$I_{p-исп1}=5\cdot0,2+4\cdot0,25+5\cdot0,15+4\cdot0,25+3\cdot0,15=4,2;$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп.1} = \frac{I_{p-исп.1}}{I_{фин.р}^{исп.1}} = \frac{3,9}{1} = 3,9;$$

$$I_{исп.2} = \frac{I_{p-исп.2}}{I_{фин.р}^{исп.2}} = \frac{4,2}{0,997} = 4,2.$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных (таблица 5.18). Сравнительная эффективность проекта (\mathcal{E}_{cp}):

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{3,9}{4,2} = 0,93.$$

Таблица 5.19 – Сводная таблица показателей оценки ресурсоэффективности

| № п/п | Показатели | Исп.1 | Исп.2 |
|----------|---|-------|-------|
| 1 | Интегральный финансовый показатель разработки | 1,0 | 0,997 |
| 2 | Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки | 3,9 | 4,2 |
| 3 | Интегральный показатель эффективности | 3,9 | 4,2 |
| 4 | Сравнительная эффективность вариантов исполнения | 0,93 | 1,0 |

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять и выбрать более эффективный вариант решения

поставленной технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности. Из полученных данных можно сказать, что для приготовления ALON керамики, предпочтительнее вариант исполнения 2. Также, в работе были рассчитаны материальные затраты, амортизационные отчисления используемого оборудования, накладные расходы, затраты на заработную плату исполнителей, отчисления во внебюджетные фонды, а также общий бюджет научного проекта. Планирование бюджета было распределено главным образом на материальные затраты, оборудование, зарплаты, а также на накладные расходы. Измерение характеристик, описывающих качество и перспективность новой разработки на рынке, помогло принять целесообразное решение, о том, что данная разработка является перспективной.

В результате выполнения изначально сформулированных целей раздела, можно сделать следующие выводы:

В результате научного исследования была разработана технология получения ALON керамики, с помощью которой были получены образцы с использованием различных добавок, таких как La_2O_3 , Y_2O_3 , а также бездобавочные образцы для сравнения.

Анализируя результаты данного исследования, были выявлены слабые и сильные стороны разработки технологии синтеза оксинитрида алюминия с использованием спекающих добавок. К слабым сторонам можно отнести высокую стоимость оборудования и используемых добавок, а также большие энергозатраты на обжиг. Но правильный выбор и подбор исходного сырья с учетом добавок способен снизить время обжига образцов, соответственно уменьшаются энергозатраты. В сравнении с бездобавочными, образцы в состав которых входили добавки действительно снижали время и температуру обжига, а, следовательно, благодаря использованию добавок в технологии синтеза оксинитрида алюминия мы добились уменьшения энергозатрат, а, следовательно, и уменьшения финансовых затрат.

Существуют возможности использования инновационной инфраструктуры ТПУ, появление дополнительного спроса на новый продукт, используя данные возможности можно разработать новые технологии синтеза алюмооксинитридной керамики. Но есть и угрозы производства оксинитрида, такие как отсутствие спроса и быстрый рост конкуренции, своевременное государственное обеспечение исследования может значительно снизить угрозы потери рынка.

Несмотря на угрозу отсутствия спроса на рынке, цель проекта была достигнута. Таким образом, разработана технология получения оксинитридной керамики с использованием добавок, которые способны снизить затраты на обжиг.

При проведении планирования был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей. Были определены: общее количество календарных дней для выполнения работы – 82 дней, общее количество календарных дней, в течение которых работал инженер – 79 и общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель – 22.

Составлен бюджет проектирования, позволяющий оценить затраты на реализацию проекта, которые составляют 143507,75 руб.